

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ 13194—74

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЬЯКИ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТИЛОВОГО СПИРТА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2009

КОНЬЯКИ И КОНЬЯЧНЫЕ СПИРТЫ**Метод определения метилового спирта****ГОСТ
13194—74**

Cognacs and cognac spirits.
Method for determination of methyl alcohol

МКС 67.160.10
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на коньяки и коньячные спирты и устанавливает колориметрический метод определения метилового спирта с динатриевой солью хромотроповой кислоты.

Метод основан на окислении метилового спирта в кислой среде марганцовокислым калием до формальдегида, который образует с динатриевой солью хромотроповой кислоты соединение, имеющее розово-фиолетовую окраску.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 14137*.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытаний применяют:

весы по ГОСТ 24104** с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности и 1 кг, 3-го класса точности;

колориметр фотоэлектрический по ТУ 3—3.1766, ТУ 3—3.1860, ТУ 3—3.2164;

колбы 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770;

цилиндры 1—25; 1—50 или 3—50 по ГОСТ 1770;

пипетки 4—2—1 или 5—2—1; 4—2—2 или 5—2—2; 1—2—2; 6—2—5 или 7—2—5; 6—2—10 или 7—2—10;

стаканы В-1—400 или В-1—600, или Н-1—400, или Н-1—600 по ГОСТ 25336;

колбы К-100 или К-250, или П-100, или П-250 по ГОСТ 25336;

пробирки П-4 по ГОСТ 25336;

колбы КН-100 по ГОСТ 25336;

термометры 1-А2 или 2-А2, или 1-Б2, или 2-Б2 по ТУ 25—2021—003—88;

стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336;

холодильник по ГОСТ 25336;

секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003 или часы песочные;

баню водянную;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

кислоту серную по ГОСТ 4204, х.ч. для пробы Саваля;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552, х. ч.;

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51144—98.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

С. 2 ГОСТ 13194—74

спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962*, раствор объемной долей 40 %; метанол-яд (метиловый спирт) по ГОСТ 6995, х.ч.; калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х.ч.;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180, х.ч., раствор массовой концентрацией 80 г/дм³, навеску массой 8,0 г растворяют в воде, объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 100 см³;

калий сернистокислый пиро·(метабисульфит) по ТУ 6—09—5312, ч. д. а., или натрий сернистокислый пиро·(метабисульфит) по ТУ 6—09—4327, ч.д.а., или натрий сернистокислый кислый, раствор массовой концентрацией 300 г/дм³; навеску массой 30,0 г растворяют в воде, объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 100 см³;

динатриевую соль хромотроповой кислоты, раствор массовой концентрацией 20 г/дм³; навеску массой 1,00 г растворяют в воде, объем доводят до метки в мерной колбе вместимостью 50 см³; раствор хранят в холодильнике в темной склянке с притертой пробкой не более 5 сут;

раствор марганцовокислого калия, готовят следующим образом: навеску марганцовокислого калия массой 3,00 г растворяют при нагревании на водяной бане в конической колбе в 50 см³ дистиллированной воды, в которую добавляют 15 см³ ортофосфорной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят дистиллированной водой до метки. Хранят в темной склянке с притертой пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Разд. 3. (Исключен, Изм. № 2).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕТИЛОВОГО СПИРТА В КОНЬЯКАХ И КОНЬЯЧНЫХ СПИРТАХ

4.1. Подготовка к испытанию

4.1.1. Приготовление основного раствора метилового спирта

Навеску метилового спирта массой 1,000 г, взвешенную в бюксе, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и объем доводят до метки раствором этилового спирта объемной долей 40 %.

4.1.2. Построение градуировочного графика

Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеривают 1,25; 2,50; 3,75; 5,00; 6,25; 7,50 и 8,75 см³ основного раствора метилового спирта и содержимое каждой колбы доводят до метки раствором этилового спирта объемной долей 40 %. Массовая концентрация полученных растворов соответствует 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 1,25; 1,50 и 1,75 г/дм³ метилового спирта.

По 0,25 см³ каждого раствора отмеряют в пробирки с притертой пробкой, затем в каждую пробирку добавляют по 2 см³ раствора марганцовокислого калия, перемешивают и оставляют на 3 мин, периодически взбалтывая жидкость. Затем в каждую пробирку вносят по 2 см³ раствора щавелевой кислоты, взбалтывают до растворения осадка и добавляют по каплям раствор метабисульфита натрия или калия, или бисульфита натрия до полного обесцвечивания жидкости. Из каждой пробирки отбирают по 1 см³ раствора, переносят в другие сухие пробирки, в каждую добавляют по 1 см³ серной кислоты, дают смеси охладиться, а затем вносят еще по 1 см³ серной кислоты, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры и во все пробирки добавляют по две капли раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты. Пробирки сразу же помешают на 15 мин в стакан с водой с температурой (60±1) °С. После охлаждения до комнатной температуры оптическую плотность полученных растворов сравнения метилового спирта измеряют на фотоэлектроколориметре при зеленом светофильтре ($\lambda_{\max} = 540$ нм) в кювете с расстоянием между рабочими гранями 5 мм.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс объемную долю метилового спирта в процентах в растворах сравнения: по оси ординат — соответствующие им величины оптических плотностей. Величину оптической плотности раствора сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору. Контрольный раствор готовят точно так же, как растворы сравнения, только вместо 0,25 см³ раствора метилового спирта берут такое же количество раствора этилового спирта объемной долей 40 %.

4.1.1, 4.1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.